

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 4月30日
Date of Application:

出願番号 特願2003-125657
Application Number:

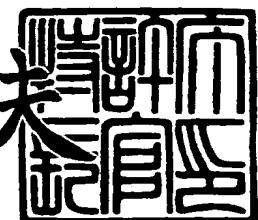
[ST. 10/C] : [JP 2003-125657]

出願人 NTT株式会社
Applicant(s):

2004年 1月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3004939

【書類名】 特許願

【整理番号】 NP15007

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 F16C 33/66

【発明者】

【住所又は居所】 三重県桑名市大字東方字尾弓田3066 NTN株式会社内

【氏名】 麻生 光成

【発明者】

【住所又は居所】 三重県桑名市大字東方字尾弓田3066 NTN株式会社内

【氏名】 江上 正樹

【特許出願人】

【識別番号】 000102692

【氏名又は名称】 NTN株式会社

【代理人】

【識別番号】 100100251

【弁理士】

【氏名又は名称】 和氣 操

【電話番号】 0594-24-3644

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 045779

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 低高温用潤滑グリースおよび転がり軸受

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 パーフルオロポリエーテル油を基油とし、フッ素樹脂粉を増ちょう剤とするフッ素系潤滑グリースと、ポリエステル油を基油とし、ウレア化合物を増ちょう剤とするウレア系潤滑グリースとの混合グリースに、ポリオレフイン油を、前記混合グリース 100 重量部に対して、3~10 重量部配合してなる低高温用潤滑グリース。

【請求項 2】 前記ポリオレフイン油は、流動点が-50 °C以下で、40°Cの動粘度が 10~70mm²/sであることを特徴とする請求項 1 記載の低高温用潤滑グリース。

【請求項 3】 前記ウレア系潤滑グリースは、200°Cで 250 時間放置したときの蒸発量が 25 重量%以下であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 記載の低高温用潤滑グリース。

【請求項 4】 前記ポリエステル油は、炭素数 7~22 の 1 価アルコールと芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、またはその誘導体との芳香族エステル化合物、および、炭素数 7~22 の 1 価カルボン酸とトリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールまたはジペンタペンタエリスリトールとの脂肪族エステル化合物から選ばれた少なくとも 1 種のポリエステル油であることを特徴とする請求項 1、請求項 2 または請求項 3 記載の低高温用潤滑グリース。

【請求項 5】 前記ポリエステル油が炭素数 7~22 の 1 価アルコールと芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、またはその誘導体との芳香族エステル化合物であることを特徴とする請求項 4 記載の低高温用潤滑グリース。

【請求項 6】 同心に配置される内輪および外輪と、この内輪および外輪間に介在する複数の転動体と、この転動体の周囲に潤滑グリースが封入されてなる転がり軸受であって、

前記潤滑グリースが請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項記載の低高温用潤滑グリースであることを特徴とする転がり軸受。

【発明の詳細な説明】

【0001】**【発明の属する技術分野】**

本発明は低高温用潤滑グリースおよび転がり軸受に関し、特に低温および高温度で使用される自動車などの電装補機に好適に用いられる低高温用潤滑グリースおよび転がり軸受に関する。

【0002】**【従来の技術】**

転がり軸受には、潤滑性を付与するために潤滑グリースが封入される。この潤滑グリースは主成分として基油と増ちょう剤とを混練して得られ、基油としては鉱油やエステル油、シリコーン油、エーテル油等の合成油が、また増ちょう剤としてはリチウム石けん等の金属石けんやウレア化合物等が一般的に使用されている。また、潤滑グリースに必要に応じて酸化防止剤、さび止剤、金属不活性剤、粘度指数向上剤などの各種添加剤が配合されている。

【0003】

近年、自動車の小型化、軽量化および静粛性向上の要求に伴って、自動車電装品の小型化、軽量化、静粛性向上、エンジンルーム内の密閉化が図られているが、その一方で電装品の性能には高出力・高効率化が求められている。転がり軸受に封入される潤滑グリースの寿命は、通常、軸受自体の疲労による使用寿命より短いため、軸受自体の寿命は潤滑グリース寿命に依存することとなる。そのため、これら電装補機に用いられる潤滑グリースもウレア系潤滑グリース以上の高温に耐えるものでなければならない。

【0004】

従来、200℃付近の高温になるファンクラッチに用いられる転がり軸受の封入グリースには、増ちょう剤としてフッ素樹脂粉を用い、基油にパーフルオロポリエーテル油を用いた耐熱性に優れるフッ素系潤滑グリースが使用されている。しかし、フッ素系潤滑グリースは高価であり、転がり軸受のコストダウンの妨げになるという問題がある。

このため、フッ素系潤滑グリースとウレア系潤滑グリースとを混合するハイブリッドグリースが知られており（特許文献1参照）、本出願人により他の提案も

されている（特願2002-100556および特願2002-183023）。また、180℃～250℃の使用温度で特に良好な騒音低減効果を有する潤滑グリース組成物が知られている（特許文献2参照）。

【0005】

【特許文献1】

特開2002-327759号公報（段落【0006】）

【特許文献2】

特表2000-514105号公報（特許請求の範囲）

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、従来のフッ素系潤滑グリースは、低温で異音が発生するという問題がある。

この低温で発生するフッ素系潤滑グリースの異音を抑制するために、基油粘度を小さくすると低温での異音は少なくなるが、200℃付近での高温耐久性に劣るという問題がある。

本発明はこのような問題に対処するためになされたものであり、高温耐久性に優れ、かつ低温においても異音の発生を抑えることができる低高温用潤滑グリースおよび該潤滑グリースが封入された転がり軸受の提供を目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明に係る低高温用潤滑グリースは、パーカルオロポリエーテル油を基油とし、フッ素樹脂粉を増ちょう剤とするフッ素系潤滑グリースと、ポリエステル油を基油とし、ウレア化合物を増ちょう剤とするウレア系潤滑グリースとの混合グリースに、ポリオレフィン油を、混合グリース100重量部に対して、3～10重量部配合してなることを特徴とする。

また、上記ポリオレフィン油は、流動点が-50℃以下で、40℃の動粘度が10～70mm²/sであることを特徴とする。

また、上記ウレア系潤滑グリースは、200℃で250時間放置したときの蒸発量が25重量%以下であることを特徴とする。

【0008】

本発明において、蒸発量は日本工業規格（JIS）R3503に準拠した50mlガラス製ビーカにグリースを約5g採取して、200℃に設定された熱風循環式の恒温槽（内容積：90リットル、風量：5.1m³/分、風速：0.42m/秒）内に250時間放置して、グリースの初期重量と放置後の重量を測定して次式で求める。

$$\text{蒸発量（%）} = [(\text{初期重量} - \text{放置後の重量}) / \text{初期重量}] \times 100$$

【0009】

また、上記ポリエステル油は、炭素数7~22の1価アルコールと芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、またはその誘導体との芳香族エステル化合物、および、炭素数7~22の1価カルボン酸とトリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールまたはジペンタペンタエリスリトールとの脂肪族エステル化合物から選ばれた少なくとも1種のポリエステル油であることを特徴とする。

特に、上記ポリエステル油が炭素数7~22の1価アルコールと芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、またはその誘導体との芳香族エステル化合物であることを特徴とする。

【0010】

本発明に係る転がり軸受は、同心に配置される内輪および外輪と、この内輪および外輪間に介在する複数の転動体と、この転動体の周囲に潤滑グリースが封入されてなる転がり軸受であって、封入される潤滑グリースが上述した低高温用潤滑グリースであることを特徴とする。

【0011】

パフルオロポリエーテル油を基油とし、フッ素樹脂粉を増ちょう剤とするフッ素系潤滑グリースと、ポリエステル油を基油とし、ウレア化合物を増ちょう剤とするウレア系潤滑グリースとの混合グリースに、ポリオレフィン油を、混合グリース100重量部に対して、3~10重量部配合することにより、フッ素系潤滑グリースの耐熱性が維持できるとともに、低温においても異音の発生を抑えることができた。芳香族エステル化合物を用いることにより、コストダウンが図れた。

【0012】

【発明の実施の形態】

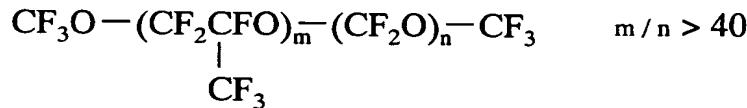
本発明に使用できるフッ素系潤滑グリースは、パーフルオロポリエーテル油を基油としフッ素樹脂粉を増ちょう剤とする。

パーフルオロポリエーテル油は、脂肪族炭化水素ポリエーテルの水素原子をフッ素原子で置換した化合物であれば使用できる。そのようなパーフルオロポリエーテル油を例示すれば、以下の化1および化2で示される側鎖を有するパーフルオロポリエーテルと、化3から化5で示される直鎖状のパーフルオロポリエーテルとがある。これらは単独でもまた混合しても使用できる。n、mは整数である。

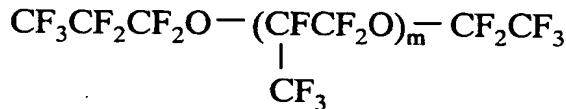
化1の市販品としてはフォンブリンY（モンテジソン社商品名）を、化2の市販品としてはクライトックス（デュポン社商品名）やバリエルタJオイル（クリーバー社商品名）を、化3の市販品としてはフォンブリンZ（モンテジソン社商品名）を、化4の市販品としてはフォンブリンM（モンテジソン社商品名）を、化5の市販品としてはデムナム（ダイキン社商品名）等をそれぞれ例示できる。

【0013】

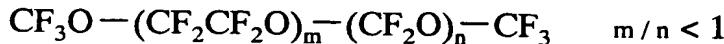
【化1】



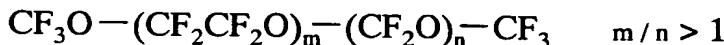
【化2】



【化3】



【化4】



【化5】



【0014】

増ちょう剤であるフッ素樹脂粉は上記パーフルオロポリエーテル油と親和性が

高く、高温安定性、耐薬品性を有する粉末が使用できる。

フッ素樹脂を例示すれば、ポリテトラフルオロエチレン（P T F E）、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体（P F A）、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体（F E P）などのパーフルオロ系フッ素樹脂が好ましく、特にポリテトラフルオロエチレン（P T F E）が高温安定性、耐薬品性が優れているため好ましい。

【0015】

フッ素系潤滑グリースは、フッ素系潤滑グリース全体量に対して、パーフルオロポリエーテル油を70~90重量%、フッ素樹脂粉を10~30重量%配合することが好ましい。この範囲の配合とすることにより、転がり軸受封入グリースとして洩れが少なく、長時間トルクを下げられる好ましいちょうど度に調整できる。

【0016】

本発明に使用できるウレア系潤滑グリースは、ポリエステル油を基油とし、ウレア化合物を増ちょう剤とする。

ポリエステル油は、炭素数7~22の脂肪族1価アルコールと芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、またはその誘導体とのエステル、および炭素数7~22の脂肪族1価カルボン酸とトリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールまたはジペンタペンタエリスリトールとのエステルから選ばれた少なくとも1つのエステル油を基油として用いる。また、ポリマーエステルを使用することができる。

脂肪族1価アルコールおよび脂肪族1価カルボン酸において、炭素数7未満および炭素数22をこえると潤滑性が劣る。

炭素数7~22の脂肪族1価アルコールとしては、ヘプチルアルコール、オクチルアルコール、ノニルアルコール、デシルアルコール、ウンデシルアルコール、ラウリルアルコール、オレイルアルコール、ステアリルアルコール等が挙げられる。

【0017】

また、炭素数7~22の脂肪族1価カルボン酸は、上記脂肪族1価アルコールの $-CH_2OH$ を $-COOH$ に代えた1価カルボン酸が挙げられる。

【0018】

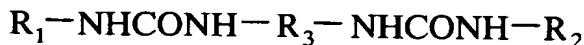
芳香族トリあるいはテトラカルボン酸、その誘導体としては、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、ジフェニルテトラカルボン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸、またはこれらの酸無水物などが挙げられる。

【0019】

本発明に使用できるウレア系潤滑グリースは増ちょう剤としてウレア化合物を用いる。

ウレア化合物は尿素結合を分子内に 2 個有するジウレアが好ましく、以下の化6で示される。

【化6】



ここで、R₁、R₂およびR₃は、脂肪族基、脂環族基または芳香族基をそれぞれ表す。なお、ウレア化合物の製造方法の一例としては、ジイソシアナート化合物にイソシアナート基当量のアミン化合物を反応させて得られる。

また、ジウレア以外にポリウレア等も使用できる。

【0020】

ウレア系潤滑グリースは、ウレア系潤滑グリース全体量に対して、上記エスチル油を 70~95 重量%、ウレア化合物を 30~5 重量%配合することが好ましい。この範囲の配合とすることにより、軸受封入グリースとして漏れが少なく、長時間潤滑性の良好なちょうど度に調整できる。

【0021】

また、ウレア系潤滑グリースは、その蒸発量が 25 重量%以下である。蒸発量が 25 重量%をこえると、フッ素系潤滑グリースと混合したとき、混合グリースの蒸発量を低く、例えば 15 重量%以下とすることはできない。

【0022】

ウレア系潤滑グリースとの混合潤滑グリースは、フッ素系潤滑グリースとの混合グリース全体に対して 30~75 重量%配合される。ウレア系潤滑グリースの混合割合が 75 重量%をこえると、混合グリースの蒸発量が多くなり、例えば 15 重量%をこえ、30 重量%未満であると、潤滑グリースの製造原価を低下させる

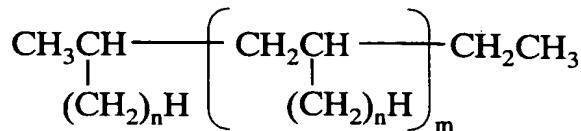
ことができない。

本発明は上記混合潤滑グリースにさらに流動点が-50 °C以下で、40°Cの動粘度が 10~70mm²/sのポリオレフィン油を混合潤滑グリース 100 重量部に対して 3~10 重量部配合する。3 重量部未満では耐熱性は良好であるが、低温で異音が発生し、10 重量部をこえると低温での異音はなくなるが耐熱性が劣る。

【0023】

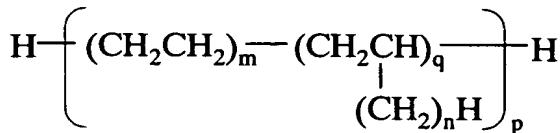
本発明で使用できるポリオレフィン油は、以下の化7、化8で示される液状のポリオレフィンである。

【化7】



化7における n は 4~16 の整数、m は 1~6 の整数である。

【化8】



化8における n は 1~8 の整数、m は 1~3 の整数、q は 1~3 の整数、p はポリオレフィン油の粘度により異なる整数である。

【0024】

ポリオレフィン油は、室温で液状を示し、流動点が-50 °C以下で、40°Cの動粘度が 10~70mm²/sである。10~70mm²/sであることにより、低温での異音抑制および耐熱性に優れる。

【0025】

本発明に係る転がり軸受の一例を図1に示す。図1は深溝玉軸受の断面図である。

転がり軸受1は、外周面に内輪転走面2aを有する内輪2と内周面に外輪転走面3aを有する外輪3とが同心に配置され、内輪転走面2aと外輪転走面3aとの間に複数個の転動体4が配置される。この複数個の転動体4を保持する保持器

5 および外輪 3 等に固定されるシール部材 6 とにより構成される。少なくとも転動体 4 の周囲に低高温用潤滑グリース 7 が封入される。

【0026】

低高温用潤滑グリース 7 は、高温耐久性に優れ、かつ低温においても異音の発生を抑えることができるので、オルタネータ、カーエアコン用電磁クラッチ、中間プーリ、電動ファンモータ等の自動車電装部品、補機等の転がり軸受に好適に使用できる。

【0027】

【実施例】

参考例 1：グリース 1 の作製

グリース全体に対して、40 ℃の動粘度が $191\text{mm}^2/\text{s}$ のパーカルオロポリエーテル油 67 重量%に、フッ素樹脂粉 33 重量%を加え攪拌した後、ロールミルに通し「増ちょう剤にフッ素樹脂粉、基油にパーカルオロポリエーテル油を用いたグリース」である半固形状のグリース 1 を得た。

【0028】

参考例 2：グリース 2 の作製

グリース全体に対して、40 ℃の動粘度が $90\text{mm}^2/\text{s}$ のパーカルオロポリエーテル油 67 重量%に、フッ素樹脂粉 33 重量%を加え攪拌した後、ロールミルに通し「増ちょう剤にフッ素樹脂粉、基油にパーカルオロポリエーテル油を用いたグリース」である半固形状のグリース 2 を得た。

【0029】

参考例 3：グリース 3 の作製

グリース全体に対して、40 ℃の動粘度が $91\text{mm}^2/\text{s}$ の芳香族エステル油 88 重量%の半量に 1 モルのジフェニルメタンジイソシアネートを溶かし、残りの半量に 2 モルのオクチルアミンを溶かして上記半量の基油に攪拌しながら加えた後、100~120℃で 30 分間攪拌を続けて反応させ、ウレア化合物 12 重量%を基油に折出した。その後、ロールミルに通し「増ちょう剤にウレア化合物、基油に芳香族エステル油を用いたグリース」である半固形状のグリース 3 を得た。

【0030】

各実施例および比較例に用いたポリオレフィン油を以下に示す。

ポリオレフィン油1：流動点が-57 °Cで、40°Cの動粘度が 46mm²/s (新日鐵化
学社製商品名、シンフルード801)

ポリオレフィン油2：流動点が-73 °Cで、40°Cの動粘度が 17mm²/s (新日鐵化
学社製商品名、シンフルード401)

ポリオレフィン油3：流動点が-53 °Cで、40°Cの動粘度が 63mm²/s (出光石油
化学社製商品名、出光P A O 5010)

ポリオレフィン油4：流動点が-73 °Cで、40°Cの動粘度が 5mm²/s (新日鐵化
学社製商品名、シンフルード201)

ポリオレフィン油5：流動点が-35 °Cで、40°Cの動粘度が 420mm²/s (モービル
石油社製商品名、モービル S H F 401)

【0031】

実施例1～実施例5および比較例1～比較例8

各実施例を表1に示す割合で、各比較例を表2に示す割合で各グリースをそれ
ぞれ混合攪拌して低高温用潤滑グリースを得た。配合基準は重量部である。

得られた低高温用潤滑グリースのちょう度、滴点を測定した。また、体積当た
りのコストを比較例1を1として算出した。その結果を表1および表2に示す
。

【0032】

また、石油ベンジンで洗浄した軸受 6203LLHAに全空間容積の 38 %
となる各低高温用潤滑グリースを封入して転がり軸受を作製した。得られた転が
り軸受を-60 °Cの低温槽に、転がり軸受自体の温度が-60 °Cになるまで放置し
、その後室温に取り出し、ラジアル荷重 127N を加え、回転数 2700rpm (外輪回
転) で回転させ、軸受が室温になるまでに異音が発生するか否かを調べた。結果
を表1および表2に示す。

【0033】

また、石油ベンジンで洗浄した軸受 6204ZZに全空間容積の 38 %とな
る各低高温用潤滑グリースを封入して転がり軸受を作製した。得られた転がり軸
受を高温耐久試験にて評価した。

高温耐久試験は、ラジアル荷重 67N、スラスト荷重 67N、回転数 10000rpm、雰囲気温度 200°Cにて軸受を回転させ、過負荷によりモータが停止するまでの時間を測定した。結果を表1および表2に示す。

【0034】

【表1】

	実施例				
	1	2	3	4	5
配合、重量部					
グリース1	40	40	40	40	40
グリース2	-	-	-	-	-
グリース3	60	60	60	60	60
ポリオレフィン油1	3	5	10	-	-
ポリオレフィン油2	-	-	-	3	-
ポリオレフィン油3	-	-	-	-	3
特性					
ちょう度	348	358	360	350	348
滴点、°C	250以上	250以上	250以上	250以上	250
低温異音	無	無	無	無	無
高温耐久試験、h	2700以上	2700以上	2700以上	2700以上	2700以上
コスト	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4

【表2】

	比較例							
	1	2	3	4	5	6	7	8
配合、重量部								
グリース1	100	-	-	40	40	40	40	40
グリース2	-	100	-	-	-	-	-	-
グリース3	-	-	100	60	60	60	60	60
ポリオレフィン油1	-	-	-	-	2	15	-	-
ポリオレフィン油4	-	-	-	-	-	-	5	-
ポリオレフィン油5	-	-	-	-	-	-	-	5
特性								
ちょう度	282	285	283	280	350	370	352	365
滴点、°C	150	149	250以上	250以上	250以上	250以上	250以上	250以上
低温異音	有	無	有	有	有	無	無	有
高温耐久試験、h	2500	989	212	2700以上	2700以上	800	850	2700以上
コスト	1	1	0.1	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4

【0035】

【発明の効果】

本発明に係る低高温用潤滑グリースは、フッ素系潤滑グリースと、ウレア系潤滑グリースとの混合グリースに、ポリオレフィン油を配合してなるので、高温耐久性に優れ、かつ低温においても異音の発生を抑えることができる。

その結果、上記潤滑グリースを封入することにより、200 °C付近の超高温になるファンクラッチおよび高温仕様のオルタネータ用転がり軸受に好適である。

【図面の簡単な説明】

【図1】

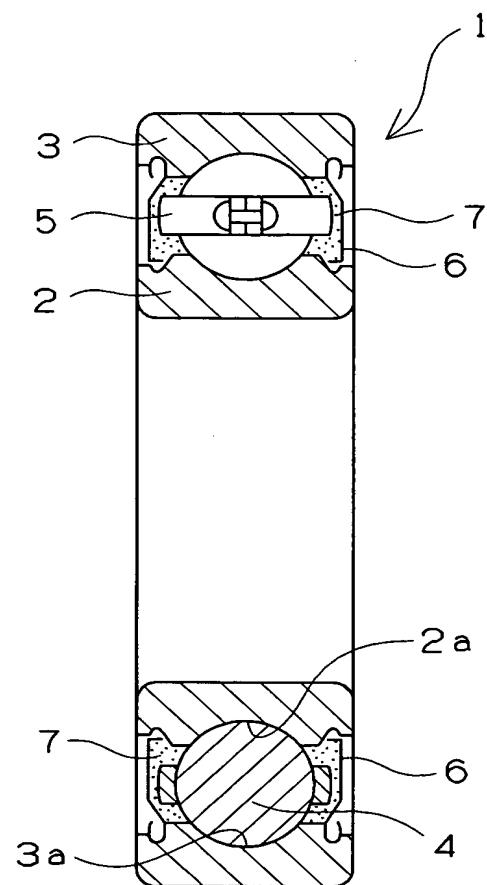
深溝玉軸受の断面図である。

【符号の説明】

- 1 転がり軸受
- 2 内輪
- 3 外輪
- 4 転動体
- 5 保持器
- 6 シール部材
- 7 低高温用潤滑グリース

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温耐久性に優れ、かつ低温においても異音の発生を抑えることができる。

【解決手段】 パーフルオロポリエーテル油を基油とし、フッ素樹脂粉を増ちょう剤とするフッ素系潤滑グリースと、ポリエステル油を基油とし、ウレア化合物を増ちょう剤とするウレア系潤滑グリースとの混合グリースに、ポリオレフィン油を、混合グリース 100 重量部に対して、3~10 重量部配合してなり、特にポリオレフィン油は、流動点が-50 °C以下で、40°Cの動粘度が 10~70mm²/sである。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号 特願2003-125657
受付番号 50300724826
書類名 特許願
担当官 第三担当上席 0092
作成日 平成15年 5月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 4月30日

次頁無

特願 2003-125657

出願人履歴情報

識別番号 [000102692]

1. 変更年月日 2002年11月 5日

[変更理由] 名称変更

住所 大阪府大阪市西区京町堀1丁目3番17号
氏名 NTN株式会社